

**J.P. Sho. 63 - 296002**

(19) Patent Office of Japan (JP)

(12) Kokai (Laid Open) Patent Publication (A)

(11) Laid Open Patent Publication Number : J.P. Sho. 63 - 296002

(43) Date of Publication of the Unexamined Patent : December 2, J.P. Sho. 63 (1988)

Examination Request : Not Requested

Number of the Invention : 1 (Total of 10 pages in the Japanese original)

---

(51) Int.Cl. <sup>4</sup>	Classification	Internal Filing Codes
G 02 B 1/10		Z - 8106 - 2H
C 03 C 17/42		8017 - 4G
G 02 B 1/04		7915 - 2H
// C 08 J 7/12		8720 - 4F

---

(54) Title of the Invention: **Surface Modification Method of Inorganic Coat Membranes**

(21) Application Number : J.P. Sho. 62 - 132630

(22) Date of Filing : May 28, J.P. Sho. 62 (1987)

(72) Inventor and Address : Etsuo Okagami

Seiko Epson K.K.

3-3-5 Yamato Suwa-Shi, Nagano-Ken

(72) Inventor and Address : Mikihiro Nakajima

Seiko Epson K.K.

3-3-5 Yamato Suwa-Shi, Nagano-Ken

(72) Inventor and Address : Takao Mogami

Seiko Epson K.K.

3-3-5 Yamato Suwa-Shi, Nagano-Ken

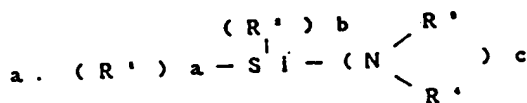
(71) Assignee and Address : Seiko Epson K.K.

2-4-1 Nishi Shinjuku Shinjuku-Ku, Tokyo-To

(74) Representative : Patent Attorney : Tsutomu Mogami, one other

**Details**1. Title of the Invention **Surface Modification Method of Inorganic Coat Membranes**2. Claims

The surface modification method of inorganic coat membranes which is characterized by a composition made of a mixture containing at least one kind of the silane compounds shown by formula a below, or oligomers of a, or polymers reacted or absorbed into inorganic coat membranes.



(here,  $R^1$  is an organic group containing fluorine;  $R^2$ ,  $R^3$ , and  $R^4$  are hydrogen or organic groups;  $a$ ,  $b$ , and  $c$ , are respectively in the following ranges:  $1 \leq a \leq 3$ ;  $0 \leq b \leq 2$ ;  $1 \leq c \leq 3$ .)

### 3. Detailed Explanation of the Invention

#### **[Industrial Application Area]**

This invention relates to the modification method of inorganic coat membranes.

#### **[Prior Technology]**

Inorganic membranes obtained using the vacuum depositing method, ion plating method, and sputtering method have been used widely as reflection preventive membranes, hard coat membranes, and various functional membranes of optical materials such as eyeglasses, lenses, and display panels. Especially,  $SiO_2$  membranes are widely used for their attachment power to substrates, their hardness, and their handling ease.

Also, as related to surface modifications, aside from those related to inorganic coat membranes, treatment methods which use alcoxy silane, halogenized silane, and alkyl polysiloxane have been disclosed (for example, Tokkyo Koho No. J.P. Sho. 35 - 9760, Tokkyo Kokai No J.P. Sho. 49 - 12833, Tokkyo Koho No. J.P. Sho. 50 - 15473, and Tokkyo Kokai No. J.P. Sho. 61 - 130902, etc.).

#### **[The Problems Solved by the Invention]**

However, at the time of the drying stage of the water droplets which were attached to the surface, yellowing is generated on the surface of these inorganic coat membranes, providing an undesirable influence on the external appearance and optical characteristic. Especially, water easily attaches to eyeglass lenses at the time of the polishing process and wearing, and if it is left with water droplets even for a short duration, yellowing will occur. Generally, the cause for yellowing is considered to be as follows. Firstly,  $Na^+$ ,  $Ba^+$ , and  $Pb^{2+}$ , which are ions inside of the glass, are dissolved in the water droplets attached to the surface, and the water droplets become an alkaline solution. Next, this solution and acidic gases such as  $CO_2$  and  $SO_2$  in the air react, and  $Na_2CO_3$ ,  $NaHCO_3$ ,  $Na_2SO_4$ ,  $BaCO_3$ ,  $PbCO_3$ ,  $BaSO_4$ , and  $PbSO_4$  are produced as compounds; these become the cause for yellowing. On the other hand, with inorganic coat membranes such as  $SiO_2$  membranes which have been formed on a surface based on a synthetic resin, positive ions are not included; as such, the cause for yellowing had many unknowns. As a result of the present inventors performing

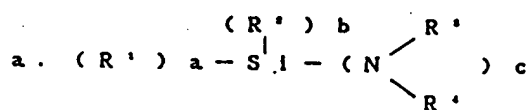
experiments and analysis, the cause for the yellowing generated on these coat membranes was clarified as being due to the evaporation of residue centering around Si compounds caused by the droplets attaching firmly to surface. This is made clear from the facts mentioned below.

- (1) When ultrapure water is attached to the surface of a coat membrane, yellowing does not occur (in the growing stage of the yellowing generated on optical glass, yellowing is generated even with ultrapure water).
- (2) By observing the area near the coat surface where yellowing has occurred using a transmission type electron microscope (TME), the attached material is observed on the surface.
- (3) In performing an elemental analysis of the attached material observed in (2), Si was primarily detected.

Accordingly, this invention is that to solve these problems, and has its objective in modifying a surface condition of inorganic coat membrane and thereby providing the function to eliminate this problem to the surface.

#### [Method for Solving the Problem]

That is to say, this invention is the surface modification method of inorganic coat membrane which is characterized by having a composition made of a mixture containing at least one kind of the silane compounds shown by formula a below, or oligomers of a, or polymers reacted or absorbed into inorganic coat membranes.



(here,  $R^1$  is an organic group containing fluorine;  $R^2$ ,  $R^3$ , and  $R^4$  are hydrogen or organic groups; a, b, and c, are respectively in the following ranges:  $1 \leq a \leq 3$ ;  $0 \leq b \leq 2$ ;  $1 \leq c \leq 3$ .)

As shown before, the cause for the generation of yellowing on the surface of the inorganic coat membrane is due to the components in the water droplets attaching to the surface as evaporation residue material. The component of evaporation residue material is centered around Si and is large in terms of its affinity with inorganic coat membranes such as  $SiO_2$ , and it is considered to firmly attach to the surface of coat membranes. Therefore, in order to prevent the generation of yellowing, it is necessary to modify the inorganic coat membrane surface, thereby causing the affinity between the surface and the evaporation residue material to be small.

As a result of focused research, it became clear that by providing water repellence to the surface, the attachment strength of the evaporation residue material to the surface of the inorganic coat membrane can be weakened, and even if residue is left on the surface, it can be removed by lightly wiping it off with a cloth. Further, since water repellence has been provided, it becomes more difficult for the water droplets themselves to attach to the surface, serving to lower the generation of yellowing. As the standard said here for this kind of the water repellence, it is desirable for the contact angle of pure water to the surface to be more than 70°.

Also, in order to treat the inorganic coat membrane, there is the necessity of performing the treatment in such a way so as not to lower the material characteristic, bonding property, and durability of the coat membrane already existing on the substrate. Especially, in treating inorganic coat membranes installed on synthetic resin substrates, by performing the treatment at a high temperature, cracks are caused in the inorganic coat membrane, and this in turn severely lowers its external appearance and durability. Accordingly, it is desirable that the treatment be done using a thickness for the treatment layer, a temperature range, and an environment which do not provide negative influences on the spectral characteristics with respect to the bonding property, durability, external appearance, and reflection preventive membrane prior to the treatment.

The material used by this invention in the reaction with the inorganic coat membrane or absorption is wide in terms of its treatment temperature range from normal to high temperatures, satisfies the conditions described above, and obtains a sufficient treatment membrane even if it is administered at a normal temperature. Also, compared to alcoxy silane, halogenated silane, and alkyl polysiloxane which have been the water repellent treatment agents used in the past, its handling is easier and its life is longer.

As the material used for this invention, for example, the following can be listed. 2,2,2-trifluoro ethyl triamino silane, 3,3,3-trifluoropropyl triamino silane, 2,2,2,3,3,3-hexafluoro triamino silane, 4,4,4-trifluoro butyl triamino silane, 2-(perfluoro ethyl) ethyl triamino silane, 5,5,5-trifluoro pentyl triamino silane, 3-(perfluoro ethyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro propyl) ethyl triamino silane, (perfluoro propyl methyl) triamino silane, (perfluoro butyl methyl) triamino silane, 6,6,6-trifluoro hexyl triamino silane, 4-(perfluoro ethyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro propyl) propyl triamino silane, 4-(perfluoro butyl) ethyl triamino silane, 5-(perfluoro pentyl) methyl triamino silane, 7,7,7-trifluoro butyl triamino silane, 5-(perfluoro ethyl) pentyl triamino silane, 4-(perfluoro propyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro butyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro pentyl) ethyl triamino silane, (perfluoro hexyl methyl) triamino silane, 8,8,8-trifluoro octyl triamino silane, 6-(perfluoro ethyl) hexyl triamino silane, 5-(perfluoro propyl) pentyl triamino silane,

4-(perfluoro butyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro pentyl) butyl triamino silane, 2-(perfluoro hexyl) ethyl triamino silane, (perfluoro heptyl methyl) triamino silane, 9,9,9-trifluoro nonyl triamino silane, 7-(perfluoro ethyl) heptyl triamino silane, 6-(perfluoro propyl) hexyl triamino silane, 5-(perfluoro butyl) pentyl triamino silane, 4-(perfluoro pentyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro hexyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl triamino silane, (perfluoro octyl methyl) triamino silane, 10,10,10-trifluoro decyl triamino silane, 8-(perfluoro ethyl) octyl triamino silane, 7-(perfluoro propyl) heptyl triamino silane, 6-(perfluoro butyl) hexyl triamino silane, 5-(perfluoro pentyl) pentyl triamino silane, 4-(perfluoro hexyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro heptyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl triamino silane, (perfluoro nonyl methyl) triamino silane, 11,11,11-trifluoro undecyl triamino silane, 9-(perfluoro ethyl) nonyl triamino silane, 8-(perfluoro propyl) octyl triamino silane, 7-(perfluoro butyl) heptyl triamino silane, 6-(perfluoro pentyl) hexyl triamino silane, 5-(perfluoro hexyl) pentyl triamino silane, 4-(perfluoro heptyl) butyl amino silane, 3-(perfluoro octyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl triamino silane, (perfluoro decyl methyl) triamino silane, 12,12,12-trifluoro decyl triamino silane, 10-(perfluoro ethyl) decyl triamino silane, 9-(perfluoro propyl) nonyl triamino silane, 8-(perfluoro butyl) octyl triamino silane, 7-(perfluoro pentyl) heptyl triamino silane, 6-(perfluoro hexyl) hexyl triamino silane, 5-(perfluoro heptyl) pentyl triamino silane, 4-(perfluoro octyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro nonyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro decyl) ethyl triamino silane, (perfluoro undecyl methyl) triamino silane, 13,13,13-trifluoro tridecyl triamino silane, 11-(perfluoro ethyl) undecyl triamino silane, 10-(perfluoro propyl) decyl triamino silane, 9-(perfluoro butyl) nonyl triamino silane, 8-(perfluoro pentyl) octyl triamino silane, 7-(perfluoro hexyl) heptyl triamino silane, 6-(perfluoro heptyl) hexyl triamino silane, 5-(perfluoro octyl) pentyl triamino silane, 4-(perfluoro nonyl) butyl triamino silane, 3-(perfluoro decyl) propyl triamino silane, 2-(perfluoro undecyl) ethyl triamino silane, (perfluoro dodecyl methyl) triamino silane, bis (2,2,2-trifluoro ethyl) diamino silane, bis (3,3,3-trifluoro propyl) diamino silane, bis (2,2,2,3,3,3-hexa fluoro) diamino silane, bis (4,4,4-trifluoro butyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro ethyl) ethyl) diamino silane, bis (5,5,5-trifluoro pentyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro ethyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro propyl) ethyl) diamino silane, bis (perfluoro propyl methyl) diamino silane, bis (perfluoro butyl methyl) diamino silane, bis (6,6,6-trifluoro hexyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro ethyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro propyl) propyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro butyl) ethyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro pentyl) methyl) diamino silane, bis (7,7,7-trifluoro heptyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro ethyl) pentyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro propyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro butyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro pentyl) ethyl) diamino silane, bis

(perfluoro hexyl methyl) diamino silane, bis (8,8,8-trifluoro octyl) diamino silane, bis (6-(perfluoro ethyl) hexyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro propyl) pentyl) diamino silane, bis (4 - (perfluoro butyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro pentyl) butyl) diamino silane, bis 2-(perfluoro hexyl) ethyl) diamino silane, bis (perfluoro butyl methyl) diamino silane, bis (9,9,9-trifluoro nonyl) diamino silane, bis (7-(perfluoro ethyl) heptyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro butyl) pentyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro pentyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro hexyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro heptyl) ethyl) diamino silane, bis (perfluoro octyl methyl) diamino silane, bis (10,10,10-trifluoro decyl) diamino silane, bis (8-(perfluoro ethyl) octyl) diamino silane, bis (7-(perfluoro propyl) heptyl) diamino silane, bis (6-(perfluoro butyl) hexyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro pentyl) pentyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro hexyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro heptyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro octyl) ethyl) diamino silane, bis (perfluoro nonyl methyl) diamino silane, bis (11,11,11- trifluoro undecyl) diamino silane, bis (9-(perfluoro ethyl) nonyl) diamino silane, bis (8-(perfluoro propyl) octyl) diamino silane, bis (7-(perfluoro butyl) heptyl) diamino silane, bis (6-(perfluoro pentyl) hexyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro hexyl) pentyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro heptyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro octyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro nonyl) ethyl) diamino silane, bis (perfluoro decyl methyl) diamino silane, bis (12,12,12-trifluoro dodecyl) diamino silane, bis (10-(perfluoro ethyl) decyl) diamino silane, bis (9-(perfluoro propyl) nonyl) diamino silane, bis (8-(perfluoro butyl) octyl) diamino silane, bis (7-(perfluoro pentyl) heptyl) diamino silane, bis (6-(perfluoro hexyl) hexyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro heptyl) pentyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro octyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro nonyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro decyl) ethyl) diamino silane, bis (13,13,13-trifluoro tridecyl) diamino silane, bis (11-(perfluoro ethyl) undecyl) diamino silane, bis (10-(perfluoro propyl) decyl) diamino silane, bis (9-(perfluoro butyl) nonyl) diamino silane, bis (8-(perfluoro pentyl) octyl) diamino silane, bis (7-(perfluoro hexyl) heptyl) diamino silane, bis (6-(perfluoro heptyl) hexyl) diamino silane, bis (5-(perfluoro octyl) pentyl) diamino silane, bis (4-(perfluoro nonyl) butyl) diamino silane, bis (3-(perfluoro decyl) propyl) diamino silane, bis (2-(perfluoro undecyl) ethyl) diamino silane, bis (perfluoro dodecyl methyl) diamino silane, tris (2,2,2-trifluoro ethyl) amino silane, tris (3,3,3-trifluoro propyl) amino silane, tris (2,2,2,3,3,3-hexa fluoro) amino silane, tris (4,4,4-trifluoro butyl) amino silane, tris (2-(perfluoro ethyl) ethyl) amino silane, tris (5,5,5-trifluoro pentyl) amino silane, tris (3-(perfluoro ethyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro propyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro propyl methyl) amino silane, tris (perfluoro butyl methyl) amino silane, tris (6,6,6-trifluoro hexyl) amino silane, tris (4-(perfluoro ethyl) butyl) amino silane, tris (3-perfluoro propyl) propyl) amino silane, tris (4-(perfluoro butyl) ethyl) amino silane, tris (5-(perfluoro pentyl) methyl) amino

silane, tris (7,7,7-trifluoro heptyl) amino silane, tris (5-(perfluoro ethyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro propyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro butyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro pentyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro hexyl methyl) amino silane, tris (8,8,8-trifluoro octyl) amino silane, tris (6-(perfluoro ethyl) hexyl) amino silane, tris (5-(perfluoro propyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro butyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro pentyl) butyl) amino silane, tris (2-(perfluoro hexyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro heptyl methyl) amino silane, tris (9,9,9-trifluoro nonyl) amino silane, tris (7-(perfluoro ethyl) heptyl) amino silane, tris (6-(perfluoro propyl) hexyl) amino silane, tris (5-(perfluoro butyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro pentyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro hexyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro butyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro octyl methyl) triamino silane, tris (10,10,10-trifluoro decyl) amino silane, tris (3-(perfluoro ethyl) octyl) amino silane, tris (7-(perfluoro propyl) heptyl) amino silane, tris (6-(perfluoro butyl) hexyl) amino silane, tris (5-(perfluoro pentyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro hexyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro heptyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro octyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro nonyl methyl) amino silane, tris (11,11,11-trifluoro undecyl) amino silane, tris (9-(perfluoro ethyl) nonyl) amino silane, tris (8-(perfluoro propyl) octyl) amino silane, tris (7-(perfluoro butyl) heptyl) amino silane, tris (6-(perfluoro pentyl) hexyl) amino silane, tris (5-(perfluoro hexyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro heptyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro octyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro nonyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro decyl methyl) amino silane, tris (12,12,12-trifluoro dodecyl) amino silane, tris (10-(perfluoro ethyl) decyl) amino silane, tris (8-(perfluoro propyl) nonyl) amino silane, tris (8-(perfluoro butyl) octyl) amino silane, tris (7-(perfluoro pentyl) heptyl) amino silane, tris (6-(perfluoro hexyl) hexyl) amino silane, tris (5-(perfluoro butyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro octyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro nonyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro decyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro undecyl methyl) amino silane, tris (13,13,13-trifluoro tridecyl) amino silane, tris (11-(perfluoro ethyl) undecyl) amino silane, tris (10-(perfluoro propyl) decyl) amino silane, tris (9-(perfluoro butyl) nonyl) amino silane, tris (8-(perfluoro pentyl) octyl) amino silane, tris (7-(perfluoro hexyl) heptyl) amino silane, tris (6-(perfluoro heptyl) hexyl) amino silane, tris (5-(perfluoro octyl) pentyl) amino silane, tris (4-(perfluoro nonyl) butyl) amino silane, tris (3-(perfluoro decyl) propyl) amino silane, tris (2-(perfluoro undecyl) ethyl) amino silane, tris (perfluoro dodecyl methyl) amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl diamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-methyl-diamino silane, 2-(perfluoro butyl) ethyl-propyl-diamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-butyl-diamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-pentyl-diamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-hexyl-diamino silane, bis-(2-(perfluoro heptyl) ethyl) propyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro heptyl) ethyl-methyl-amino silane, bis-(2-

(perfluoro heptyl) ethyl)-ethyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro heptyl) ethyl)-butyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro heptyl) ethyl)-propyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro heptyl) ethyl)-pentyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro heptyl) ethyl)-hexyl-amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl dimethyl amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl methyl ethyl amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl methyl propyl amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl diethyl amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl propyl amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl dipropyl amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-methyl amino-diamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-bis (methyl amino)-amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-tris (methyl amino) silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-ethyl amino-diamino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-bis (ethyl amino)-amino silane, 2-(perfluoro heptyl) ethyl-tris (ethyl amino) silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-methyl-diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-propyl-diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-butyl-diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-pentyl-diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-hexyl-diamino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-amino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-methyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-ethyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-butyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-propyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-pentyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro octyl) ethyl)-hexyl-amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl dimethyl amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl methyl amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl methyl propyl amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl diethyl amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl ethyl propyl amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl dipropyl amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-methyl amino-diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-bis (methyl amino)-amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-tris (methyl amino) silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-ethyl amino-diamino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-bis (ethyl amino)-amino silane, 2-(perfluoro octyl) ethyl-tris (ethylamino) silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-methyl-diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-propyl-diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-butyl-diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-pentyl-diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-hexyl-diamino silane, bis-(2-(perfluoro nonyl) ethyl)-amino silane, bis-(2-(perfluoro nonyl) ethyl)-methyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro nonyl) ethyl)-ethyl-amino silane, bis (2-(perfluoro nonyl) ethyl)-butyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro nonyl) ethyl)-propyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro nonyl) ethyl)-pentyl-amino silane, bis-(2-(perfluoro nonyl) ethyl)-hexyl-amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl dimethyl amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl methyl ethyl amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl methyl propyl amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl diethyl amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl ethyl propyl amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl dipropyl amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-methyl amino-diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-bis (methyl amino)-amino



silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-tris (methyl amino) silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-ethyl amino-diamino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-bis (ethyl amino)-amino silane, 2-(perfluoro nonyl) ethyl-tris (ethyl amino) silane.

For this invention, it is not limited to these, and those which comply with the general formula shown in the patent claim will, needless to say, achieve the objective of this invention. Also, for this invention, the silane compounds used occasionally combine with each other before the reaction or with the inorganic coat membrane after the reaction and polymerize, but this will not be a problem if they are adjusted so that the polymerization degree which was made to be the objective of this invention is obtained. Also, in response to the objective, more than one kind of silane compound may be mixed and used.

In order to have the materials shown above react with or be absorbed into the inorganic coat membrane, the methods of reacting or absorbing by coating it onto the surface based on the DIP method, spinner method, spray method, or the method of reacting or absorbing in a vacuum or in the atmosphere as a gas can be used.

In the case of the former, the reaction rate can be controlled by controlling, for example, the temperature and humidity during the coating; also, the desired treatment membrane can be obtained by adjusting the soaking time, solution temperature, and concentration of the silane compound. Further, after coating, performing heating and light radiation to a degree so as not to provide a negative influence on the characteristics of the coat membrane, thus promoting the reaction, will be more effective. In the case of the latter, silane compound gas may be allowed in and reacted during the production of the inorganic coat membrane in a vacuum tower or after production. Also, by introducing silane compound gas into plasma gas such as argon and oxygen, reactive vapor depositing and reactive ion plating can also be performed.

In order to elevate the reaction with the silane compound, as a pre-treatment, washing, chemical treating, and plasma treating the inorganic coat membrane makes it more effective.

The silane compound used for reaction may be used singularly or as a mixture, or it may be diluted with solvent or pre-treated with an acidic or basic group.

After the reaction is completed, by washing away the silane compound which reacted with the water molecules in the atmosphere, for the reaction with near the surface of the coat membrane and the silane compound which was not provided with absorption, a treatment can be performed which does not change the external appearance such as a reflection preventive treatment before treatment.

**[Action]**

For inorganic coat membranes such as, for example,  $\text{SiO}_2$  membranes, the large polar OH group is exposed on the surface, and because this easily absorbs impurities contained in the water droplets, it can be explainable that yellowing is caused. Accordingly, by exchanging the inorganic coat membrane surface with groups which are small in terms of their polarity or water repellence, the yellowing prevention can be done.

Below, this invention will be explained in detail based on the practical examples, but this invention is not limited to them.

**[Practical Example 1]**

A synthetic resin lens made of diethylene glycol bis (allyl carbonate) resin was washed with acetone, left for 5 minutes at room temperature, surface treated using a 5% sodium hydroxide solution, and the coating solution stated below was coated onto it at a pull up rate of 40 cm/min. based on the dipping method. Next, it was heat cured for 30 minutes at a temperature of 80°C in hot air drier and for 2 hours at a temperature of 130°C.

The coating solution was prepared as follows.

206 parts by weight of ethanol, 396 parts by weight of ethanol dispersed colloidal silica ("Oscal 1232" 30% solid content manufactured by Yobai Kasei Kogyo K.K.), 312 parts by weight of the partially hydrolyzed material of  $\gamma$ -glycidoxypyrpyltrimethoxysilane, 0.2 parts by weight of flow control agent ("L-7604" manufactured by Nippon Unika K.K.), and 80 parts by weight of a 0.05 N acetate solution were added in a reaction container equipped with a stirring device, and they were stirred for 3 hours at room temperature in order to obtain the coating solution.

The lens obtained as above was set in a vacuum tower and a reflection preventive treatment was performed on the surface of its resin at a substrate temperature of 50°C using the vacuum vapor depositing method. The membrane construction was from the side of the lens : the  $\text{SiO}_2$  layer was  $\lambda/4$ , the synthetic membrane thickness of the  $\text{ZrO}_2$  layer and the  $\text{SiO}_2$  layer was  $\lambda/4$ , the  $\text{ZrO}_2$  layer was  $\lambda/4$ , and the uppermost  $\text{SiO}_2$  layer was  $\lambda/4$  (here,  $\lambda = 520 \text{ nm}$ ). Next, this lens was washed with acetone, sufficiently dried, and thereafter soaked in a 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoro ethane solution containing 1% by weight of 2-(perfluoro octyl) ethyl triamino silane. After it was soaked, it was taken out into 50% relative humidity and 50°C temperature atmosphere and left for 10 minutes. Thereafter, it was washed with 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane.

Large changes in its external appearance and reflection preventive characteristic were not seen after washing.

The appraisal of the coat membrane so obtained was performed using the methods below.

(1) **Yellowing** After city water was dripped onto the surface of the coat membrane, the residual material was wiped off. If residue was left, it is C, if the residue was completely wiped off, it is A, and if it was partially left, it is B.

(2) **Contact Angle** The contact angle was measured by a contact angle meter (CA-D manufactured by Kyowa Kagaku) using the liquid drop method (pure water).

(3) **Warm Water Test** After it was soaked for 5 hours at a temperature of 80°C, it was tested in the same manner as (1).

#### [Practical Example 2]

A synthetic resin lens made of diethylene glycol bis (allyl carbonate) resin was washed with acetone, and a reflection preventive treatment was thereafter performed on its surface at a substrate temperature of 50°C using the vacuum deposit method. This reflection preventive treatment was done in the same manner as with Practical Example 1 and it was thereafter washed with isopropyl alcohol. Next, this lens was treated with the same solution and methods as those for Practical Example 1.

Large changes in its external appearance and reflection preventive characteristic were not seen after washing.

#### [Practical Example 3]

The SiO<sub>2</sub> layer which was the uppermost layer used for Practical Example 1 was formed as follows. While SiO<sub>2</sub> was melted using an electron gun, gas in which argon and bis (perfluoropropyl methyl) diamino silane were mixed to be 9 : 1 was led to a vacuum tower in such a way so that the vacuum degree became 0.01 Torr, and the atmosphere was charged with plasma by high frequency electrical fields of 13.56 MHz. By registering a 300 V direct current voltage and while reaction ion plating was performed at a high frequency output of 300 w, the SiO<sub>2</sub> layer was formed on the substrate.

#### [Practical Example 4]

A reflection preventive treatment was performed on the lens obtained in Practical Example 1 in the same manner as in Practical Example 1, and thereafter, it was soaked in a 1,2,2-trichloro-1,2,2-trifluoro ethane solution containing 5% by weight of bis-(2-perfluoroheptyl) ethyl)-butyl-amino silane. After soaking, it was taken out into a 70% relative humidity and 60°C temperature atmosphere and left for 5 minutes. Thereafter, it was washed with tetrahydrofurane. Its external appearance practically did not change after washing.

**[Practical Example 5]**

SiO<sub>2</sub> was ion sprayed in argon plasma on the surface of a lens made of crown glass so as to become a thickness of 1  $\mu$ m. The lens so obtained was washed with pure water and thereafter dried sufficiently. Next, it was soaked for 2 minutes in a 20°C 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoro ethane solution containing 2-(perfluoro nonyl) ethyl-butyl-diamino silane. Thereafter, it was left in a 20% relative humidity and 50°C temperature atmosphere for 5 minutes. Thereafter, it was washed with 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoro ethane. Large changes in the external appearance of the lens were not seen.

**[Comparative Example 1]**

Prior to the treatment used for Practical Example 1, a lens possessing a reflection preventive membrane was soaked for 1 minute in a 98% dimethyl dichloro silane solution possessing a liquid temperature of 15°C. Thereafter, the lens was pulled up at a rate of 10 cm/sec. into a 60% humidity and 25°C temperature atmosphere. Thereafter, it was washed with trichloro ethylene.

**[Comparative Example 2]**

Prior to the treatment used for Practical Example 1, a lens possessing a reflection preventive membrane was soaked for 3 minutes in a 10°C solution in which 50 g of dimethyl diethoxy silane, 450 g of isopropyl alcohol, and 20 g of 0.05 N hydrochloric acid were mixed. Thereafter, the lens was left in a 75% humidity and 50°C temperature atmosphere for 15 minutes, and was thereafter washed with acetone.

**[Comparative Example 3]**

A synthetic resin lens which possessed a reflection preventive membrane but prior to the treatment by the silane compound obtained by Practical Example 1 was made to be Comparative Example 1. (Translator's Note : this is probably a misprint and should be 3)

The appraisal results of Practical Examples 1 ~ 5 and Comparative Examples 1 ~ 3 above are shown in Table 1.

TABLE 1

	Practical Example 1	Practical Example 2	Practical Example 3	Practical Example 4	Practical Example 5
Yellowing	A	A	A	A	A
Contact angle	110°	109°	105°	112°	101°
Warm water test	A	A	A	A	A

Comparative Example 1	Comparative Example 2	Comparative Example 3
A	A	C
90°	91°	20°
B	B	C

**[Effectiveness of the Invention]**

By providing the inorganic coat membranes with water repellence, its surface energy and its affinity with water and the impurities in water were lowered, thus preventing the yellowing phenomenon. Further, along with the decrease in surface energy, messes due to human sweat and organic materials such as fat or cooking oil can be wiped off easily with a tissue paper. Also, it became clear that the material used by this invention was sufficient in its reactivity at a low temperature and that it was good in terms of its retention of the surface property.

This invention is a method which can be widely applied to products which use inorganic coat membranes such as glass eyeglasses, precision instrument optical lenses, display panels, watch cover glass, and window glass, and its usage can be expected to be further expanded.

**Applicant:** Seiko Epson K.K.

**Representative:** Tsutomu Mogami and one other

Translated By : Naoko Fujioka (612) 770 - 8206

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-296002

⑮ Int. Cl.<sup>1</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑯ 公開 昭和63年(1988)12月2日  
 G 02 B 1/10 Z-8106-2H  
 C 03 C 17/42 8017-4G  
 G 02 B 1/04 7915-2H  
 // C 08 J 7/12 8720-4F 審査請求 未請求 発明の数 1 (全10頁)

⑰ 発明の名称 無機コート膜の表面改質法

⑱ 特 願 昭62-132630

⑲ 出 願 昭62(1987)5月28日

⑳ 発 明 者 岡 上 悦 男 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式  
 会社内  
 ㉑ 発 明 者 中 島 幹 人 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式  
 会社内  
 ㉒ 発 明 者 最 上 隆 夫 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式  
 会社内  
 ㉓ 出 願 人 セイコーエプソン株式 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号  
 会社  
 ㉔ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

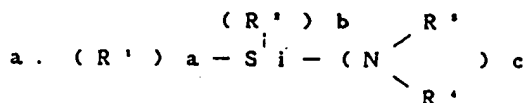
## 明 細 書

## 1. 発明の名称

無機コート膜の表面改質法

## 2. 特許請求の範囲

無機コート膜に、下式 a で示されるシラン化合物、あるいは a のオルゴマー、あるいはポリマーを少なくとも1種以上含む混合物よりなる組成物を反応あるいは吸着させたことを特徴とする無機コート膜の表面改質法。



(ここで、 $R^1$  はフッ素を含む有機基、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$  は水素または有機基、a、b、c はそれぞれ次の範囲である。  $1 \leq a \leq 3$ 、 $0 \leq b \leq 2$ 、 $1 \leq c \leq 3$ )

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は、無機コート膜の表面状態の改質法に関する。

## (従来の技術)

真空蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタリング法などによって得られる、無機コート膜は、眼鏡、レンズ、ディスプレイ装置のパネル等、光学材料の反射防止膜、ハードコート膜、各種機能性膜などに広く用いられている。特に SiO<sub>2</sub> 膜は、その基板との付着力、硬度、取扱い易さなどの点で幅広く使用されている。

また、表面改質に関しては、無機コート膜に係わらず、アルコキシシラン、ヘロゲン化シラン、アルキルポリシロキサンを用いた処理方法が開示されている。(例えば、特公昭35-9780、特開昭49-12833、特公昭50-15473、特開昭61-130902など)

## (発明が解決しようとする問題点)

しかし、これら無機コート膜の表面には、表面に付着した水滴の乾燥過程において、光学ガラス

に、発生するヤケ現象に似たヤケが発生し、外観、光学特性などに、好ましくない影響を及ぼしている。特に眼鏡レンズは、玉磨加工時及び使用時に水滴が付着しやすく、水滴が付着した状態で短時間でも放置すると、ヤケが発生していた。一般に光学ガラスに発生するヤケの原因は次の様に考えられている。先ず、表面に付着した水滴にガラス内部のイオンである  $\text{Na}^+$ 、 $\text{Ba}^+$ 、 $\text{Pb}^{2+}$  などが溶けだし、水滴がアルカリ性の溶液となる。次に、この溶液と空気中の  $\text{CO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  等の酸性ガスが反応し、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{NaHCO}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{BaCO}_3$ 、 $\text{PbCO}_3$ 、 $\text{BaSO}_4$ 、 $\text{PbSO}_4$ 、などが化合物として生成して表面に残りヤケの原因となる。一方、合成樹脂製基板表面に形成した  $\text{SiO}_2$ 、膜などの無機コート膜には、陽イオンが含まれておらず、発生するヤケの原因は、未だ不明の所が多かった。本発明者らが、実験、分析を行なった結果、これらのコート膜上に発生するヤケの原因は、付着した水滴から生ずる  $\text{Si}$  化合物を中心とした蒸発残留物が、

表面に強固に付着して起こることが判明した。このことは以下に述べる事実から明らかにされたものである。

① 超純水をコート膜表面に付着させた場合、ヤケは発生しない。(光学ガラスに発用するヤケの生成過程では、超純水に於いてもヤケは発生する。)

② 透過型電子顕微鏡 (TEM) により、ヤケの発生したコート膜表面付近を断面観察したところ、表面に付着物が観察された。

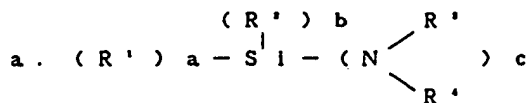
③ ②で観察された付着物の元素分析を行なったところ、 $\text{Si}$  が主に検出された。

そこで本発明は、このような問題点を解決するもので、その目的とするところは、無機コート膜の表面状態を改質し、この問題を解消できうる機能を表面に持たせるところにある。

(問題点を解決するための手段)

すなわち、本発明は、無機コート膜に、下式 a で示されるシラン化合物、あるいは、a のオリゴマー、あるいはポリマーを少なくとも 1 種以上含

む混合物よりなる組成物を反応あるいは吸着させたことを特徴とする。



(ここで、 $\text{R}^1$  はフッ素を含む有機基、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$  は、水素または有機基、a、b、c はそれぞれ次の範囲である。 $1 \leq a \leq 3$ 、 $0 \leq b \leq 2$ 、 $1 \leq c \leq 3$ )

前記に示した様に、無機コート膜表面でのヤケの発生原因は、水滴中の成分が蒸発残留物として表面に付着する為である。蒸発残留物の成分は、 $\text{Si}$  を中心としており、 $\text{SiO}_2$  の様な無機コート膜との親和性が大きく、コート膜表面と強固に付着していると考えられる。ヤケの発生を防ぐには、無機コート膜表面を改質し、表面と蒸発残留物との親和性を小さくすることが必要である。

鋭意研究の結果、撥水性を表面に持たせることにより、蒸発残留物の無機コート膜表面との付着強度が弱まり、たとえ表面に残留物が残っても、

布等で軽く拭きとれることが判った。さらに、撥水性を持たせることにより、水滴自体も表面に付着しにくくなり、ヤケの発生低下に役立つことも判った。ここで言う撥水性の基準としては、純水の表面に対する接触角が  $70^\circ$  以上あるのが望ましい。

また、無機コート膜に処理を行なうには、すでに、基材上に存在しているコート膜の性質、密着性、耐久性を低下させることなく処理を行なう必要がある。特に、合成樹脂製基板上に設けた無機コート膜に処理を行う場合、高温で処理を行なうと、無機コート膜にクラックが発生し、外観、耐久性が、著しく低下する。従って、処理前の密着性、耐久性、外観、反射防止膜における分光特性などに悪影響を与えない程度の処理層の厚み、温度範囲、環境で処理できることが望ましい。

本発明で、無機コート膜表面との反応、あるいは吸着に用いる物質は、処理温度範囲が常温付近から高温までと広く、上記の条件を満足し、常温に於いても十分な処理膜が得られる。また、従来



使用されている塩水処理剤であるアルコキシシラン、ハロゲン化シラン、アルキルポリシロキサンなどと比較して、取扱も簡単で、液の寿命も長い。

本発明に使用する物質として、例えば次の様なものがあげられる。

2、2、2-トリフルオロエチルトリアミノシラン、3、3、3-トリフルオロプロピルトリアミノシラン、2、2、2、3、3、3-ヘキサフルオロトリアミノシラン、4、4、4-トリフルオロブチルトリアミノシラン、2-(パーフルオロエチル)エチルトリアミノシラン、5、5、5-トリフルオロペンチルトリアミノシラン、3-(パーフルオロエチル)プロピルトリアミノシラン、2-(パーフルオロプロピル)エチルトリアミノシラン、(パーフルオロプロピルメチル)トリアミノシラン、(パーフルオロブチルメチル)トリアミノシラン、6、6、6-トリフルオロヘキシルトリアミノシラン、4-(パーフルオロエチル)ブチルトリアミノシラン、3-(パーフル

オロプロピル)プロピルトリアミノシラン、4-(パーフルオロブチル)エチルトリアミノシラン、5-(パーフルオロペンチル)メチルトリアミノシラン、7、7、7-トリフルオロヘブチルトリアミノシラン、5-(パーフルオロエチル)ペンチルトリアミノシラン、4-(パーフルオロプロピル)ブチルトリアミノシラン、3-(パーフルオロペンチル)エチルトリアミノシラン、(パーフルオロヘキシルメチル)トリアミノシラン、8、8、8-トリフルオロオクチルトリアミノシラン、6-(パーフルオロエチル)ヘキシルトリアミノシラン、5-(パーフルオロプロピル)ペンチルトリアミノシラン、4-(パーフルオロブチル)ブチルトリアミノシラン、3-(パーフルオロペンチル)ブチルトリアミノシラン、2-(パーフルオロヘキシル)エチルトリアミノシラン、(パーフルオロヘブチルメチル)トリアミノシラン、9、9、9-トリフルオロノニルトリアミノシラン、7-(パーフルオロエチル)

ヘブチルトリアミノシラン、6-(パーフルオロプロピル)ヘキシルトリアミノシラン、5-(パーフルオロブチル)ペンチルトリアミノシラン、4-(パーフルオロペンチル)ブチルトリアミノシラン、3-(パーフルオロヘキシル)プロピルトリアミノシラン、2-(パーフルオロヘブチル)エチルトリアミノシラン、(パーフルオロオクチルメチル)トリアミノシラン、10、10、10-トリフルオロデシルトリアミノシラン、8-(パーフルオロエチル)オクチルトリアミノシラン、7-(パーフルオロプロピル)ヘブチルトリアミノシラン、6-(パーフルオロブチル)ヘキシルトリアミノシラン、5-(パーフルオロペンチル)ペンチルトリアミノシラン、4-(パーフルオロヘキシル)ブチルトリアミノシラン、3-(パーフルオロヘブチル)プロピルトリアミノシラン、2-(パーフルオロオクチル)エチルトリアミノシラン、(パーフルオロノニルメチル)トリアミノシラン、11、11、11-トリフルオロウンデシルトリアミノシラン、9-

(パーフルオロエチル)ノニルトリアミノシラン、8-(パーフルオロプロピル)オクチルトリアミノシラン、7-(パーフルオロブチル)ヘブチルトリアミノシラン、6-(パーフルオロペンチル)ヘキシルトリアミノシラン、5-(パーフルオロヘキシル)ペンチルトリアミノシラン、4-(パーフルオロヘブチル)ブチルトリアミノシラン、3-(パーフルオロオクチル)プロピルトリアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチルトリアミノシラン、(パーフルオロデシルメチル)トリアミノシラン、12、12、12-トリフルオロドデシルトリアミノシラン、10-(パーフルオロエチル)デシルトリアミノシラン、9-(パーフルオロプロピル)ノニルトリアミノシラン、8-(パーフルオロブチル)オクチルトリアミノシラン、7-(パーフルオロペンチル)ヘブチルトリアミノシラン、6-(パーフルオロヘキシル)ヘキシルトリアミノシラン、5-(パーフルオロヘブチル)ペンチルトリアミノシラン、4-(パーフルオロオクチル)ブチルトリ

アミノシラン, 3-(パーフルオロノニル)プロ  
ビルトリアミノシラン, 2-(パーフルオロデシ  
ル)エチルトリアミノシラン, (パーフルオロウ  
ンデシルメチル)トリアミノシラン, 13、1  
3、13、-トリフルオロトリデシルトリアミノ  
シラン, 11-(パーフルオロエチル)ウンデシ  
ルトリアミノシラン, 10-(パーフルオロプロ  
ビル)デシルトリアミノシラン, 9-(パーフ  
ルオロブチル)ノニルトリアミノシラン, 8-  
(パーフルオロペンチル)オクチルトリアミノシ  
ラン, 7-(パーフルオロヘキシル)ヘブチルト  
リアミノシラン, 6-(パーフルオロヘブチル)  
ヘキシルトリアミノシラン, 5-(パーフルオ  
ロオクチル)ペンチルトリアミノシラン, 4-  
(パーフルオロノニル)ブチルトリアミノシラ  
ン, 3-(パーフルオロデシル)プロビルトリア  
ミノシラン, 2-(パーフルオロウンデシル)エ  
チルトリアミノシラン, (パーフルオロドデシル  
メチル)トリアミノシラン,  
ビス(2、2、2-トリフルオロエチル)シアミ

ノシラン, ビス(3、3、3-トリフルオロプロ  
ビル)シアミノシラン, ビス(2、2、2、3、  
3、3-ヘキサフルオロ)シアミノシラン, ビス  
(4、4、4-トリフルオロブチル)シアミノシ  
ラン, ビス(2-(パーフルオロエチル)エチ  
ル)シアミノシラン, ビス(5、5、5-トリフ  
ルオロペンチル)シアミノシラン, ビス(3-  
(パーフルオロエチル)プロビル)シアミノシラ  
ン, ビス(2-(パーフルオロプロビル)エチ  
ル)シアミノシラン, ビス(パーフルオロプロビ  
ルメチル)シアミノシラン, ビス(パーフルオロ  
ブチルメチル)シアミノシラン, ビス(6、6、  
6-トリフルオロヘキシル)シアミノシラン, ビ  
ス(4-(パーフルオロエチル)ブチル)シアミ  
ノシラン, ビス(3-(パーフルオロプロビル)  
プロビル)シアミノシラン, ビス(4-(パーフ  
ルオロブチル)エチル)シアミノシラン, ビス  
(5-(パーフルオロペンチル)メチル)シアミ  
ノシラン, ビス(7、7、7-トリフルオロヘブ  
チル)シアミノシラン, ビス(5-(パーフルオ

ロエチル)ペンチル)シアミノシラン, ビス(4  
-(パーフルオロプロビル)ブチル)シアミノシ  
ラン, ビス(3-(パーフルオロブチル)プロビ  
ル)シアミノシラン, ビス(2-(パーフルオロ  
ペンチル)エチル)シアミノシラン, ビス(パー  
フルオロヘキシルメチル)シアミノシラン, ビス  
(8、8、8-トリフルオロオクチル)シアミノ  
シラン, ビス(6-(パーフルオロエチル)ヘキ  
シル)シアミノシラン, ビス(5-(パーフルオ  
ロプロビル)ペンチル)シアミノシラン, ビス  
(4-(パーフルオロブチル)ブチル)シアミノ  
シラン, ビス(3-(パーフルオロペンチル)ブ  
チル)シアミノシラン, ビス(2-(パーフル  
オロヘキシル)エチル)シアミノシラン, ビス  
(パーフルオロヘブチルメチル)シアミノシラン,  
ビス(9、9、9-トリフルオロノニル)シアミ  
ノシラン, ビス(7-(パーフルオロエチル)ヘ  
ブチル)シアミノシラン, ビス(6-(パーフル  
オロプロビル)ヘキシル)シアミノシラン, ビス  
(5-(パーフルオロブチル)ペンチル)シアミ

ノシラン, ビス(4-(パーフルオロペンチル)  
ブチル)シアミノシラン, ビス(3-(パーフル  
オロヘキシル)プロビル)シアミノシラン, ビス  
(2-(パーフルオロヘブチル)エチル)シアミ  
ノシラン, ビス(パーフルオロオクチルメチル)  
シアミノシラン, ビス(10、10、10-トリ  
フルオロデシル)シアミノシラン, ビス(8-  
(パーフルオロエチル)オクチル)シアミノシラ  
ン, ビス(7-(パーフルオロプロビル)ヘブチ  
ル)シアミノシラン, ビス(6-(パーフルオロ  
ブチル)ヘキシル)シアミノシラン, ビス(5-  
(パーフルオロペンチル)ペンチル)シアミノシ  
ラン, ビス(4-(パーフルオロヘキシル)ブチ  
ル)シアミノシラン, ビス(3-(パーフルオロ  
ヘブチル)プロビル)シアミノシラン, ビス(2-  
(パーフルオロオクチル)エチル)シアミノシ  
ラン, ビス(パーフルオロノニルメチル)シアミ  
ノシラン, ビス(11、11、11-トリフル  
オロウンデシル)シアミノシラン, ビス(9-  
(パーフルオロエチル)ノニル)シアミノシラ

ン、ビス(8-(パーフルオロプロピル)オクチル)ジアミノシラン、ビス(7-(パーフルオロブチル)ヘプチル)ジアミノシラン、ビス(8-(パーフルオロペンチル)ヘキシル)ジアミノシラン、ビス(5-(パーフルオロヘキシル)ペンチル)ジアミノシラン、ビス(4-(パーフルオロヘプチル)ブチル)ジアミノシラン、ビス(3-(パーフルオロオクチル)プロピル)ジアミノシラン、ビス(2-(パーフルオロノニル)エチル)ジアミノシラン、ビス(パーフルオロデシルメチル)ジアミノシラン、ビス(12、12、12-トリフルオロドデシル)ジアミノシラン、ビス(10-(パーフルオロエチル)デシル)ジアミノシラン、ビス(9-(パーフルオロプロピル)ノニル)ジアミノシラン、ビス(8-(パーフルオロブチル)オクチル)ジアミノシラン、ビス(7-(パーフルオロペンチル)ヘプチル)ジアミノシラン、ビス(6-(パーフルオロヘキシル)ヘキシル)ジアミノシラン、ビス(5-(パーフルオロオクチル)ペンチル)ジアミノシラン、ビス(4-(パーフルオロノニル)ブチル)ジアミノシラン、ビス(3-(パーフルオロデシル)プロピル)ジアミノシラン、ビス(2-(パーフルオロウンデシル)エチル)ジア

ラン、ビス(4-(パーフルオロオクチル)ブチル)ジアミノシラン、ビス(3-(パーフルオロノニル)プロピル)ジアミノシラン、ビス(2-(パーフルオロデシル)エチル)ジアミノシラン、ビス(パーフルオロウンデシルメチル)ジアミノシラン、ビス(13、13、13-トリフルオロトリデシル)ジアミノシラン、ビス(11-(パーフルオロエチル)ウンデシル)ジアミノシラン、ビス(10-(パーフルオロプロピル)デシル)ジアミノシラン、ビス(9-(パーフルオロブチル)ノニル)ジアミノシラン、ビス(8-(パーフルオロペンチル)オクチル)ジアミノシラン、ビス(7-(パーフルオロヘキシル)ヘプチル)ジアミノシラン、ビス(6-(パーフルオロヘキシル)ヘキシル)ジアミノシラン、ビス(5-(パーフルオロオクチル)ペンチル)ジアミノシラン、ビス(4-(パーフルオロノニル)ブチル)ジアミノシラン、ビス(3-(パーフルオロデシル)プロピル)ジアミノシラン、ビス(2-(パーフルオロウンデシル)エチル)ジア

ミノシラン、ビス(パーフルオロドデシルメチル)ジアミノシラン、  
トリス(2、2、2-トリフルオロエチル)アミノシラン、トリス(3、3、3-トリフルオロプロピル)アミノシラン、トリス(2、2、2、3、3、3-ヘキサフルオロ)アミノシラン、トリス(4、4、4-トリフルオロブチル)アミノシラン、トリス(2-(パーフルオロエチル)エチル)アミノシラン、トリス(5、5、5-トリフルオロペンチル)アミノシラン、トリス(3-(パーフルオロエチル)プロピル)アミノシラン、トリス(2-(パーフルオロプロピル)エチル)アミノシラン、トリス(パーフルオロプロピルメチル)アミノシラン、トリス(パーフルオロブチルメチル)アミノシラン、トリス(8、6、6-トリフルオロヘキシル)アミノシラン、トリス(4-(パーフルオロエチル)ブチル)アミノシラン、トリス(3-パーフルオロプロピル)プロピル)アミノシラン、トリス(4-(パーフルオロブチル)エチル)アミノシラン、トリス(5

-(パーフルオロペンチル)メチル)アミノシラン、トリス(7、7、7-トリフルオロヘプチル)アミノシラン、トリス(5-(パーフルオロエチル)ペンチル)アミノシラン、トリス(4-(パーフルオロプロピル)ブチル)アミノシラン、トリス(3-(パーフルオロブチル)プロピル)アミノシラン、トリス(2-(パーフルオロペンチル)エチル)アミノシラン、トリス(パーフルオロヘキシルメチル)アミノシラン、トリス(8、8、8-トリフルオロオクチル)アミノシラン、トリス(6-(パーフルオロエチル)ヘキシル)アミノシラン、トリス(5-(パーフルオロプロピル)ペンチル)アミノシラン、トリス(4-(パーフルオロブチル)ブチル)アミノシラン、トリス(3-(パーフルオロペンチル)ブチル)アミノシラン、トリス(2-(パーフルオロヘキシル)エチル)アミノシラン、トリス(パーフルオロヘプチルメチル)アミノシラン、トリス(9、9、9-トリフルオロノニル)アミノシラン、トリス(7-(パーフルオロエチル)ヘプチ

ル) アミノシラン, トリス(8-(パーフルオロプロピル)ヘキシル)アミノシラン, トリス(5-(パーフルオロブチル)ペンチル)アミノシラン, トリス(4-(パーフルオロベンチル)ブチル)アミノシラン, トリス(3-(パーフルオロヘキシル)プロピル)アミノシラン, トリス(2-(パーフルオロエチル)エチル)アミノシラン, トリス(パーフルオロオクチルメチル)トリアミノシラン, トリス(10、10、10-トリフルオロデシル)アミノシラン, トリス(3-(パーフルオロエチル)オクチル)アミノシラン, トリス(7-(パーフルオロプロピル)ヘブチル)アミノシラン, トリス(6-(パーフルオロブチル)ヘキシル)アミノシラン, トリス(5-(パーフルオロペンチル)ペンチル)アミノシラン, トリス(4-(パーフルオロヘキシル)ブチル)アミノシラン, トリス(3-(パーフルオロヘブチル)プロピル)アミノシラン, トリス(2-(パーフルオロオクチル)エチル)アミノシラン, トリス(パーフルオロノニルメチル)ア

ミノシラン, トリス(11、11、11-トリフルオロウンデシル)アミノシラン, トリス(9-(パーフルオロエチル)ノニル)アミノシラン, トリス(8-(パーフルオロプロピル)オクチル)アミノシラン, トリス(7-(パーフルオロブチル)ヘブチル)アミノシラン, トリス(6-(パーフルオロペンチル)ヘキシル)アミノシラン, トリス(5-(パーフルオロヘキシル)ペンチル)アミノシラン, トリス(4-(パーフルオロヘブチル)ブチル)アミノシラン, トリス(3-(パーフルオロオクチル)プロピル)アミノシラン, トリス(2-(パーフルオロノニル)エチル)アミノシラン, トリス(パーフルオロデシルメチル)アミノシラン, トリス(12、12、12-トリフルオロドデシル)アミノシラン, トリス(10-(パーフルオロエチル)デシル)アミノシラン, トリス(9-(パーフルオロプロピル)ノニル)アミノシラン, トリス(8-(パーフルオロブチル)オクチル)アミノシラン, トリス(7-(パーフルオロペンチル)ヘブチル)ア

ミノシラン, トリス(6-(パーフルオロヘキシル)ヘキシル)アミノシラン, トリス(5-(パーフルオロヘブチル)ペンチル)アミノシラン, トリス(4-(パーフルオロオクチル)ブチル)アミノシラン, トリス(3-(パーフルオロノニル)プロピル)アミノシラン, トリス(2-(パーフルオロデシル)エチル)アミノシラン, トリス(パーフルオロウンデシルメチル)アミノシラン, トリス(13、13、13-トリフルオロトリデシル)アミノシラン, トリス(11-(パーフルオロエチル)ウンデシル)アミノシラン, トリス(10-(パーフルオロプロピル)デシル)アミノシラン, トリス(9-(パーフルオロブチル)ノニル)アミノシラン, トリス(8-(パーフルオロペンチル)オクチル)アミノシラン, トリス(7-(パーフルオロヘキシル)ヘブチル)アミノシラン, トリス(6-(パーフルオロヘブチル)ヘキシル)アミノシラン, トリス(5-(パーフルオロオクチル)ペンチル)アミノシラン, トリス(4-(パーフルオロノニル)

ブチル)アミノシラン, トリス(3-(パーフルオロデシル)プロピル)アミノシラン, トリス(2-(パーフルオロウンデシル)エチル)アミノシラン, トリス(パーフルオロドデシルメチル)アミノシラン,

2-(パーフルオロヘブチル)エチルジアミノシラン, 2-(パーフルオロヘブチル)エチル-メチル-ジアミノシラン, 2-(パーフルオロヘブチル)エチル-プロピル-ジアミノシラン, 2-(パーフルオロヘブチル)エチル-ブチル-ジアミノシラン, 2-(パーフルオロヘブチル)エチル-ペンチル-ジアミノシラン, 2-(パーフルオロヘブチル)エチル-ヘキシル-ジアミノシラン,

ビス-(2-(パーフルオロヘブチル)エチル)-アミノシラン, ビス-(2-(パーフルオロヘブチル)エチル-メチル)-アミノシラン, ビス-(2-(パーフルオロヘブチル)エチル)-エチル-アミノシラン, ビス-(2-(パーフルオロヘブチル)エチル)-ブチル-アミノシラ

ン、ビス-(2-(パーフルオロヘプチル)エチル)-プロピル-アミノシラン、ビス-(2-(パーフルオロヘプチル)エチル)-ペンチル-アミノシラン、ビス-(2-(パーフルオロヘプチル)エチル)-ヘキシル-アミノシラン、

2-(パーフルオロヘプチル)エチルジメチル  
アミノシラン, 2-(パーフルオロヘプチル)エ  
チルメチルエチルアミノシラン, 2-(パーフル  
オロヘプチル)エチルメチルプロピルアミノシラ  
ン, 2-(パーフルオロヘプチル)エチルジエチ  
ルアミノシラン, 2-(パーフルオロヘプチル)  
エチルエチルプロピルアミノシラン, 2-(パー  
フルオロヘプチル)エチルジプロピルアミノシラ  
ン,

2-(パーフルオロヘブチル)エチル-メチル  
アミノ-ジアミノシラン, 2-(パーフルオロヘ  
ブチル)エチル-ビス(メチルアミノ)-アミノ  
シラン, 2-(パーフルオロヘブチル)エチル-  
トリス(メチルアミノ)シラン, 2-(パーフル  
オロヘブチル)エチル-エチルアミノ-ジアミノ

ル) - プロピル - アミノシラン,      ビス - (2 -  
(パーフルオロオクチル)エチル) - ペンチル -  
アミノシラン,      ビス - (2 - (パーフルオロオク  
チル)エチル - ヘキシル - アミノシラン,

2-(パーフルオロオクチル)エチルジメチル  
アミノシラン、2-(パーフルオロオクチル)エ  
チルメチルエチルアミノシラン、2-(パーフル  
オロオクチル)エチルメチルプロピルアミノシラ  
ン、2-(パーフルオロオクチル)エチルジエチ  
ルアミノシラン、2-(パーフルオロオクチル)  
エチルエチルプロピルアミノシラン、2-(パー  
フルオロオクチル)エチルジプロピルアミノシラ  
ン、

2-(パーフルオロオクチル)エチル-メチル  
アミノ-ジアミノシラン, 2-(パーフルオロオ  
クチル)エチル-ビス(メチルアミノ)-アミノ  
シラン, 2-(パーフルオロオクチル)エチル-  
トリス(メチルアミノ)シラン, 2-(パーフル  
オロオクチル)エチル-エチルアミノ-ジアミノ  
シラン, 2-(パーフルオロオクチル)エチル-

シラン、 2 - (パーフルオロヘプチル) エチル -  
 ビス (エチルアミノ) - アミノシラン、 2 -  
 (パーフルオロヘプチル) エチル - トリス (エチ  
 ルアミノ) シラン、

2 - (パーフルオロオクチル) エチルジアミノシ  
ラン, 2 - (パーフルオロオクチル) エチル-メ  
チル-ジアミノシラン, 2 - (パーフルオロオク  
チル) エチル-プロピル-ジアミノシラン, 2 -  
(パーフルオロオクチル) エチル-ブチル-ジア  
ミノシラン, 2 - (パーフルオロオクチル) エチ  
ル-ペンチル-ジアミノシラン, 2 - (パーフル  
オロオクチル) エチル-ヘキシル-ジアミノシラ  
ン.

ビスー（２－（パーフルオロオクチル）エチル）－アミノシラン、ビスー（２－（パーフルオロオクチル）エチル－メチル－アミノシラン、ビスー（２－（パーフルオロオクチル）エチル）－エチル－アミノシラン、ビスー（２－（パーフルオロオクチル）エチル）－ブチル－アミノシラン、ビスー（２－（パーフルオロオクチル）エチル）－

ビス (エチルアミノ) - アミノシラン, 2 -  
(パーフルオロオクチル) エチルトリシラン (エチ  
ルアミノ) シラン,

2 - (パーフルオロノニル) エチルジアミノシラン, 2 - (パーフルオロノニル) エチル-メチル-ジアミノシラン, 2 - (パーフルオロノニル) エチル-プロピル-ジアミノシラン, 2 - (パーフルオロノニル) エチル-ブチル-ジアミノシラン, 2 - (パーフルオロノニル) エチル-ペンチル-ジアミノシラン, 2 - (パーフルオロノニル) エチル-ヘキシル-ジアミノシラン,

ビスー（２－（パーフルオロノニル）エチル）  
 －アミノシラン， ビスー（２－（パーフルオロノ  
 ニル）エチル）－メチル－アミノシラン， ビスー  
 （２－（パーフルオロノニル）エチル）－エチル  
 －アミノシラン， ビスー（２－（パーフルオロノ  
 ニル）エチル）－ブチル－アミノシラン， ビスー  
 （２－（パーフルオロノニル）エチル）－プロピ  
 ル－アミノシラン， ビスー（２－（パーフルオロ  
 ノニル）エチル）－ペンチル－アミノシラン， ビ

スー(2-(パーフルオロノニル)エチル-ヘキシル-アミノシラン、

2-(パーフルオロノニル)エチルジメチルアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチルメチルエチルアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチルメチルプロピルアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチルジエチルアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチルエチルプロピルアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチルジプロピルアミノシラン、

2-(パーフルオロノニル)エチル-メチルアミノ-ジアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチル-ビス(メチルアミノ)-アミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチル-トリス(メチルアミノ)シラン、2-(パーフルオロノニル)エチル-エチルアミノ-ジアミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチル-ビス(エチルアミノ)-アミノシラン、2-(パーフルオロノニル)エチル-トリス(エチルアミノ)シラン

本発明では、これらに限定されるのではなく、

響を与えない程度の加熱や光照射を行うことにより、反応を促進すればより効果的である。後者の場合、真空槽内で無機コート膜を形成中、あるいは形成後にシラン化合物のガスを導入し、反応させてもよい。また、アルゴンや酸素等のプラズマ雰囲気中にシラン化合物のガスを導入し、反応性蒸着、反応性イオンプレーティング等を行うことも可能である。

シラン化合物との反応性を高める為に前処理として、無機コート膜表面を、洗浄、薬品処理、プラズマ処理等行うことはより効果的である。

反応に用いるシラン化合物は、単体もしくは混合で用いてもよく、溶媒で希釈したり、酸や塩基で前処理して使用することも可能である。

反応が終了後、大気中の水分子と反応したシラン化合物、コート膜表面付近との反応、吸着に寄与できなかったシラン化合物を洗浄により洗い流すことにより、処理前の反射防止特性などの外観が変わらない処理を行うことができる。

(作用)

特許請求範囲に示される一般式のものであれば、本発明の目的を、達成できることは言うまでもない。また、本発明において、使用するシラン化合物同士が無機コート膜との反応前、もしくは反応後結合し、ポリマー化することがありえるが、本発明の目的とするところの、重合度を得るように調整すればなんら問題はない。また、目的に応じて、1種以上のシラン化合物を混合して用いても良い。

上記に示した物質を無機コート膜に反応あるいは吸着させるには、DIP法、スピンナー法、スプレー法等により表面に塗布し、反応、吸着させる方法、または真空雰囲気中あるいは大気中でガスとして反応、吸着させる方法など用いることができる。

前者の場合、塗布中の雰囲気、例えば、温度、湿度をコントロールすることにより反応速度が制御出来、また浸漬時間、液温、シラン化合物の濃度を調節することにより所望の処理膜を得ることが出来る。さらに、塗布後、コート膜の特性に影響

無機コート膜、たとえば、 $\text{SiO}_2$ 膜などでは、その表面に極性の大きな-OH基が露出しており、これが、水溶液中に含まれる不純物を吸着し易いため、ヤケが起ると説明できる。したがって、無機コート膜表面を極性の小さな、あるいは撥水性の基で置換することにより、ヤケの防止ができる。

以下、実施例に基づき本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例1)

ジエチレングリコールビス(アリルカーボネート)製樹脂からなる合成樹脂製レンズを、アセトンで洗浄し、室温で5分間、5%水酸化ナトリウム水溶液を用いて表面処理を行い、以下に述べるコーティング液をディッピング法により、液温5℃で、引き上げ速度40 cm/minの条件で塗布した。次に熱風乾燥炉中で80℃、30分間、130℃で2時間加熱硬化させた。

コーティング液は次の様にして作成した。

攪拌装置を備えた反応容器中にエタノール20

8部、エタノール分散コロイダルシリカ398部（触媒化成工業株式会社製“オスカル1232”固形分30%）、ア－グルシドキシプロピルトリメトキシシランの部分加水分解物、312部、フローコントロール剤0.2部（日本ユニカー製“L-7604”）及び0.05N酢酸水溶液88部を加え、室温で3時間攪拌をし、コーティング液とした。

上記の様にして得られたレンズを真空槽内にセットし、真空蒸着法により、基板温度50℃で、樹脂表面に反射防止処理を行なった。膜構成はレンズ側から、SiO<sub>2</sub>、層がλ/4、ZrO<sub>2</sub>、層とSiO<sub>2</sub>、層の合成膜厚がλ/4、ZrO<sub>2</sub>、層がλ/4、最上層のSiO<sub>2</sub>、層がλ/4とした（ここでλ=520nm）。次にこのレンズをアセトンで洗浄し、十分乾燥させた後、液温20℃の2-（パーフルオロオクチル）エチルトリアミノシラン、を1wt%含む1、1、2-トリクロロ-1、2、2-トリフルオロエタン溶液に5分間浸漬した。浸漬後、相対湿度50%、温度50℃で雰

囲気中に取り出し、10分間放置した。その後、1、1、2-トリクロロ-1、2、2-トリフルオロエタンにより洗浄を行なった。

洗浄後のレンズの外観、反射防止の特性に大きな変化はみられなかった。

得られたコート膜の評価方法は以下に示す方法を用いた。

① ヤケ性：水道水をコート膜表面にたらし乾燥させたのち、布で残留物を拭き取った。残留物が残ればC、完全に拭きとれればA、一部残ればBと評価した。

② 接触角：接触角計（協和科学製CA-D）を用いて液滴法（純水）により測定した。

③ 温水試験：80℃の温度に5時間浸漬後①と同様にヤケ性の試験を行なった。

#### （実施例2）

ジエチレングリコールビス（アリルカーボネート）製樹脂からなる合成樹脂製レンズをアセトンで洗浄し、その後、真空蒸着法により基板温度50℃で、樹脂表面に反射防止処理を行なった。反

射防止処理は実施例1と同様の処理を行ない、処理後イソプロピルアルコールで洗浄を行なった。次にこのレンズを実施例1で用いた処理液で実施例1と同様に処理した。

洗浄後のレンズの外観、反射防止の特性に大きな変化はみられなかった。

#### （実施例3）

実施例1で用いた反射防止層の最上層であるSiO<sub>2</sub>、層を、次の様にして形成した。電子銃を用いて、SiO<sub>2</sub>、を溶解しながら、アルゴンとビス（パーフルオロプロピルメチル）ジアミノシランを9：1に混合した気体を真空度が0.01Torrになる様、真空槽内に導入し、13.56MHzの高周波電場により、雰囲気プラズマ化した。基板には300V直流電圧を印加し、高周波出力300wで反応性イオンブレイティングを行ないながらSiO<sub>2</sub>、層を形成した。

#### （実施例4）

実施例1で得られたレンズに、実施例1と同様に反射防止処理を行ない、その後、ビス-（2-

パーフルオロヘプチル）エチル）-ブチル-アミノシランを5wt%含む1、1、2、-トリクロロ-1、2、2-トリフルオロエタン溶液に1分間浸漬した。浸漬後、相対湿度70%、温度60℃で雰囲気中に取り出し、5分間放置した。放置後テトラヒドロフランにより洗浄を行なった。洗浄後の外観は処理前とほとんど変化がなかった。

#### （実施例5）

クラウンガラスからなるレンズ表面に、レンズ側から、SiO<sub>2</sub>、を1μm厚にアルゴンプラズマ中でイオンブレイティングした。この様にして得られたレンズを、純水で洗浄後、十分に水を切り乾燥させた。次に液温20℃の2-（パーフルオロニル）エチル-ブチル-ジアミノシランを10wt%含む1、1、2-トリクロロ-1、2、2-トリフルオロエタン溶液に2分間浸漬した。浸漬後、相対湿度20%、温度50℃中に15分間放置した。その後1、1、2-トリクロロ-1、2、2-トリフルオロエタンにより洗浄を行なった。

洗浄後のレンズの外観に大きな変化はみられなかった。

(比較例1)

実施例1で用いた処理前の反射防止膜付レンズを液温15℃のジメチルジクロロシラン98%溶液に、1分間浸漬した。浸漬後、湿度80%、温度25℃の雰囲気中で、10cm/秒の速度でレンズを引き上げた。引き上げ後、トリクロロエチレンにより洗浄を行なった。

(比較例2)

実施例1で用いた処理前の反射防止膜付レンズを、ジメチルジエトキシシラン50gとイソプロピルアルコール450g、及び0.05N塩酸20gを混合した液温10℃の溶液に3分間浸漬した。浸漬後、湿度75%、温度50℃の雰囲気中で15分間放置し、その後アセトンにより洗浄を行なった。

(比較例3)

実施例1で得られたシラン化合物による処理をする前の反射防止膜付きの合成樹脂製レンズを比

較例1とした。

上記実施例1～5、比較例1～3の評価結果をまとめて表1に示す。

表1

	実施例1	2	3	4	5
ヤケ性	A	A	A	A	A
接触角	110°	109°	105°	112°	101°
温水試験	A	A	A	A	A

比較例1	2	3
A	A	C
90°	91°	20°
B	B	C

(発明の効果)

無機コート膜表面に撥水性を持たせたことにより、表面エネルギーが低下し、水及び水中の不純物との親和性が低下し、ヤケ現象を防止することができた。さらに表面エネルギー低下に伴い、人

体から分泌される汗、脂肪または食用油などの有機物による汚れも、ティッシュペーパーなどで拭くだけで簡単に取り除くことができた。また本発明で用いる物質は、他の表面処理剤と比較して低温での反応性も十分で、表面処理の持続性も良い事が判った。

本発明は、合成樹脂製およびガラス製眼鏡レンズ、精密機器用光学レンズ、表示パネル、時計用カバーガラス、窓ガラス等無機コート膜を使用した製品に広く適用できる方法であり、その用途はさらに拡大されるであろう。

以 上

出願人 セイコーエプソン株式会社

代理人 井理士 最 上 務 他1名





**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**